

*** NOTICES ***

JP0 and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

(57) [Claim(s)]

[Claim 1] The resin constituent containing the mixture which consists of a thermal-expansion nature microcapsule and thermal-expansion nature microcapsule foam.

[Claim 2] The lightweight-ized resin constituent according to claim 1 with which the particle size of thermal-expansion nature microcapsule foam is [the particle size of a thermal-expansion nature microcapsule] 5 micrometers to 1000 micrometers in 2 to 200 micrometers, and the latter has one 70 times [2.5 to] the former magnitude of this.

[Claim 3] The lightweight-ized resin constituent according to claim 1 which contains a thermal-expansion nature microcapsule 25% of the weight from 0.5 % of the weight in [all] a resin constituent, and contains 1/100 to the twice of a thermal-expansion nature microcapsule for thermal-expansion nature microcapsule foam.

[Claim 4] The resin constituent according to claim 1 whose resin constituent is a coating, putty, a sealing material, or molding.

[Claim 5] How to prevent the contraction after heat-treatment of this resin constituent by blending a thermal-expansion nature microcapsule with the lightweight-ized resin constituent which blended thermal-expansion nature microcapsule foam with resin further.

[Translation done.]

*** NOTICES ***

JP0 and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]**[0001]**

[Industrial Application] This invention relates to a lightweight-ized resin constituent.

[0002]

[Description of the Prior Art] resin molding which blended a lightweight filler and thermal-expansion nature microcapsule foam into the resin constituent in recent years for lightweight-izing of a molding object etc. -- the body and its function -- a constituent, a coating, putty, a sealing material, etc. are used. Especially thermal-expansion nature microcapsule foam is very lightweight, and many applications are expected in order to use for a wallplate etc., to be hard to

produce a crack, to use for putty, a sealing material, etc., since there is elasticity, and to show comparatively good pressure resistance. However, after blending this, if thermal-expansion nature microcapsule foam heat-treats for example, processes [hardening], the volume of a hardened material may contract and it may be unable to maintain a predetermined configuration.

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] This invention offers the technique for preventing contraction of the resin constituent which blended and lightweight-ized thermal-expansion nature microcapsule foam.

[0004]

[Means for Solving the Problem] This invention relates to the shrinkproofing approach of the lightweight-ized hardened material characterized by blending a thermal-expansion nature microcapsule and thermal-expansion nature microcapsule foam with the lightweight-ized resin constituent and resin which blended a thermal-expansion nature microcapsule and thermal-expansion nature microcapsule foam with resin.

[0005] In this invention, about 1000 micrometers of thermal-expansion nature microcapsule foam are about 10 to about 200-micrometer hollow particle preferably from the particle size of about 5 micrometers. This hollow particle is obtained by heating a thermal-expansion nature microcapsule and making it foam. A thermal-expansion nature microcapsule can be conventionally manufactured by the well-known approach. Specifically, it is indicated by JP,42-26524,B etc. Especially the quality of the material of the thermal-expansion nature microcapsule used for this invention is not restrictive. What is necessary is just to select suitably based on a class, an application, etc. of resin to be used. Acrylonitrile, acrylamide, an acrylic acid, acrylic ester, a methacrylonitrile, methacrylamide, a methacrylic acid, methacrylic ester, methacrylamide, a vinyl chloride, a vinylidene chloride, the vinyl acetate of the husks ingredient of a typical thermal-expansion nature microcapsule, etc. being independent or a copolymerization object is illustrated. suitable cross linking agent for these, for example, divinylbenzene, and ethylene glycol (Pori) (**) -- small quantity, in addition ** are good in methacrylate, triallyl isocyanurate (TAIC), trimethylolpropanetrimethacrylate (TMP), triacrylformal (TAF), etc.

[0006] Although expansion ratio is not restrictive, about 20 to about 70 times are more preferably suitable about 100 times from about 5 times, and if fewer than 5 times, lightweight-ized effectiveness is inadequate. If larger than 100 times, the reinforcement of the molding object which hardens a lightweight-ized resin constituent and is acquired will fall, and in addition, contraction becomes large.

[0007] Thermal-expansion nature microcapsule foam is more preferably added [% of the weight / about 1] from about 0.5 % of the weight about 20% of the weight about 25% of the weight to a resin constituent.

[0008] What is necessary is just to use the thermal-expansion nature microcapsule before foaming of the foam like **** as a thermal-expansion nature microcapsule in this invention. You may differ, even if the thermal-expansion nature microcapsule used together with the thermal-expansion nature microcapsule used as foam and this is the same. The softening temperature of the husks formation resin of a non-foamed thermal-expansion nature microcapsule is preferably higher than that of thermal-expansion nature microcapsule foam, and it is desirable to use the resin which foams at the temperature at the time of heat-treating a resin constituent, and does not contract at the temperature, or does not carry out small deer contraction. It is about 70 times the expansion ratio of the thermal-expansion nature microcapsule which is not foamed [which is blended] of this from about 20 times more preferably about 100 times from about 5 times. A foaming agent is [about / boiling point] usually, although it should select suitably with the class of lightweight-ized resin constituent, curing temperature, etc. -It is [about] more preferably about 100 degrees C from 20 degrees C. -It is 15 to about 70 degrees C liquefied organic compound. They are a hydrocarbon and halogenated hydrocarbon preferably.

[0009] 100 micrometers of particle size of a thermal-expansion nature microcapsule are 5 to 30 micrometers more preferably from about 2.

[0010] although the rate which should be blended with the thermal-expansion nature microcapsule foam of a thermal-expansion nature microcapsule is based also on expansion ratio

— desirable — the latter 100 weight section — receiving — 25 weight sections from the former 0.5 weight section — they are 20 weight sections from 1 weight section more preferably.

[0011] Contraction of the molding object of the lightweight-ized resin constituent obtained by blending thermal-expansion nature microcapsule foam etc. can be controlled by blending a thermal-expansion nature microcapsule and thermal-expansion nature microcapsule foam with resin. This is for compensating by expansion of the thermal-expansion nature microcapsule with which a contracted part which is deformed or crushed and the foam of a thermal-expansion nature microcapsule produces with the heat at the time of fabricating a resin constituent is blended with coincidence.

[0012] this invention lightweight-ized resin constituent may blend the filler generally used for lightweight-ization further conventionally, for example, a perlite, fly ash, milt balun, glass balun, phenol balun, a carbon balloon, an alumina bubble, a foaming styrene bead, etc.

[0013] this invention lightweight-ized resin constituent may contain titanium oxide, the calcium carbonate as a magnesium-oxide bulking agent, talc, a glass fiber, an aramid fiber as a reinforcing agent that are white pigments further.

[0014] The example of this invention lightweight-ized resin constituent has a lightweight molding object, a coating, a sealing material, putty, etc.

[0015]

[Example 1]

The preparation component of a base coating A weight section polyvinyl chloride (notes 1) Heavy [100] CaCO₃ (notes 2) 100 elasticity CaCO₃ (notes 3) 50 plasticizers (notes 4) 120 solvents (notes 5) Ten notes 1 : The softening temperature of 80 degrees C Notes 2 : The mean particle diameter of 2.2 micrometers (Sumitomo Chemical [Co., Ltd.] make: Sumi Ritt PCX) Notes 3:mean-particle-diameter notes [of 0.3 micrometers (made in / chemistry company / Kami-shima : slight calcium carbonate)] 4:phthalate-ester-plasticizer (New Japan Chemical [Co., Ltd.] make: SANSORIIZA DINP) notes 5: (Shiroishi calcium company make: (SB) HOWAITON) Mineral spirits (Nippon Oil Co., Ltd. make)

The above-mentioned component was mixed by the grain mixer, and the base coating was adjusted.

[0016] Comparison formula 1 component Weight section base coating 100 foam The 0.5 above-mentioned components were mixed by the grain mixer for 60 minutes by room temperature **, and the lightweight coating (coating specific gravity: 1.10) was prepared. Mean particle diameter used the thing of 90 micrometers and true specific gravity 0.020 by Matsumoto microsphere-F-80ED which already carried out thermal expansion as foam. After [which shows this lightweight coating in Table 1 by the room temperature and 150kg/cm²] carrying out time amount pressurization, it applied to the griddle with a thickness of 7mm at 2mm of film thickness, 140-degree C oven performed printing for 30 minutes, and paint film specific gravity was measured. A result is shown in Table 1.

[0017]

[Table 1]

加圧処理時間(分) (150kg/cm ²)	0	30	60	90	120
焼付後塗膜比重	1.10	1.21	1.22	1.24	1.26

[0018] the thermal-expansion nature microcapsule 0.5 weight section which is not foamed in the coating 100.5 weight section obtained by the example formula 1 comparison formula 1 — adding — a grain mixer — a room temperature — it mixed for 60 minutes. The specific gravity of the obtained lightweight coating was 1.10. In addition, the blended thermal-expansion nature microcapsule is a thermal-expansion nature microcapsule 30 to 70 times the expansion ratio [the mean particle diameter of 25 micrometers, and] of this which microencapsulated the isopentane of 35 degrees C of boiling points by acrylic resin. Pressure treatment of this lightweight coating was carried out like the example of a comparison, and printing paint film specific gravity was measured. A result is shown in Table 2.

[0019]

[Table 2]

加圧処理時間(分) (150 kg/cm ²)	0	30	60	90	120
焼付後塗膜比重	0.97	1.08	1.09	1.10	1.11

[0020]

[Example 2]

比較处方 2重量部

不飽和ポリエステル樹脂(注 6)	100
硬化剤(注 7)	3
熱膨張性マイクロカプセル(注 8)	5

a Foam (notes 9) Notes 6:Pori Wright TP-160:DIC company -- make notes 7:organic peroxide system curing agent (Park Mill D-40 by Nippon Oil & Fats Co., Ltd.) notes 8:true-specific-gravity: -- 1.0 mean-particle-diameter the notes of 25 micrometers -- 9:Matsumoto microsphere-F-80ED above-mentioned each component was kneaded by the room temperature and the HOMODI spur during 1 minute (product made from the formation of a special opportunity), and the resin constituent was obtained (kneading object specific gravity: 0.77). Height of 3cm was filled up, with the 120-degree C oil bath, this resin constituent is shown in Table 3, and carried out time amount heat hardening to the test tube with a bore of 20mm, and the specific gravity of a hardened material was measured. A result is shown in Table 3.

[0021]

[Table 3]

硬化時間(分) 120°C Oil Bath	0	30	60	90	120
硬化後成形物比重 (混練物比重)	0.77	0.81	0.82	0.82	0.83

[0022] the thermal-expansion nature microcapsule 3 weight section which is not foamed in the constituent 108 weight section obtained by the example formula 2 comparison formula 2 -- adding -- a HOMODI spur -- a room temperature -- it mixed for 1 minute. The specific gravity of the obtained resin constituent was 0.78. In addition, the blended thermal-expansion nature microcapsule is a thermal-expansion nature microcapsule 30 to 70 times the expansion ratio of this which microencapsulated the normal pentane of 38 degrees C of boiling points by acrylic resin. This resin constituent was stiffened like the comparison formula 2, and the specific gravity of a hardened material was measured. A result is shown in Table 4.

[0023]

[Table 4]

硬化時間(分) 120°C Oil Bath	0	30	60	90	120
硬化後成形物比重 (混練物比重)	0.78	0.68	0.69	0.69	0.69

[0024]

[Effect of the Invention] According to this invention, a lightweight-ized resin constituent with little contraction can be obtained after heat-treatment.

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 特許公報 (B2)

(11)特許番号

特許第3067932号
(P3067932)

(45)発行日 平成12年7月24日(2000.7.24)

(24)登録日 平成12年5月19日(2000.5.19)

(51)Int.Cl.⁷
C 0 8 J 9/32
C 0 8 L 101/00
C 0 9 D 5/34
7/12
C 0 9 K 3/10

識別記号

F I
C 0 8 J 9/32
C 0 8 L 101/00
C 0 9 D 5/34
7/12
C 0 9 K 3/10

(21)出願番号 特願平5-260864
(22)出願日 平成5年10月19日(1993.10.19)
(65)公開番号 特開平7-113020
(43)公開日 平成7年5月2日(1995.5.2)
審査請求日 平成9年11月25日(1997.11.25)

(73)特許権者 000188951
松本油脂製薬株式会社
大阪府八尾市渋川町2丁目1番3号
(72)発明者 北野 健一
大阪府八尾市渋川町2丁目1番3号 松
本油脂製薬株式会社内
(72)発明者 田中 耕嗣
大阪府八尾市渋川町2丁目1番3号 松
本油脂製薬株式会社内
(72)発明者 木田 末男
大阪府八尾市渋川町2丁目1番3号 松
本油脂製薬株式会社内
(74)代理人 100062144
弁理士 青山 葵 (外1名)
審査官 小野寺 務

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 軽量化樹脂組成物

1

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】 熱膨張性マイクロカプセルおよび熱膨張性マイクロカプセル発泡体からなる混合物を含む樹脂組成物。

【請求項2】 热膨張性マイクロカプセルの粒径が2 μ mから200 μ mで熱膨張性マイクロカプセル発泡体の粒径が5 μ mから1000 μ mであり後者が前者の2.5倍から70倍の大きさを有する請求項1記載の軽量化樹脂組成物。

【請求項3】 热膨張性マイクロカプセルを全樹脂組成物中に0.5重量%から2.5重量%含み、熱膨張性マイクロカプセル発泡体を熱膨張性マイクロカプセルの1/100から2倍を含む請求項1記載の軽量化樹脂組成物。

【請求項4】 樹脂組成物が塗料、パテ、シーリング

2

材、または成型物である請求項1記載の樹脂組成物。

【請求項5】 樹脂に熱膨張性マイクロカプセル発泡体を配合した軽量化樹脂組成物に更に熱膨張性マイクロカプセルを配合することにより、該樹脂組成物の加熱処理後の収縮を防止する方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は軽量化樹脂組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年成型体などの軽量化のため、樹脂組成物中に軽量フィラーや熱膨張性マイクロカプセル発泡体を配合した樹脂成型用組成物、塗料、パテ、シーリング材などが用いられている。特に熱膨張性マイクロカプセル発泡体は極めて軽量であり、弾性があるため、壁

材などに用いてひび割れを生じがたく、バテ、シーリング材などに用いて比較的良好な耐圧性を示すため、多くの用途が期待されている。しかしながら、熱膨張性マイクロカプセル発泡体はこれを配合後、熱処理、たとえば硬化処理すると硬化物の体積が収縮して所定の形状が維持出来ないことがある。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明は熱膨張性マイクロカプセル発泡体を配合して軽量化した樹脂組成物の収縮を防止するための技術を提供する。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明は樹脂に熱膨張性マイクロカプセルと熱膨張性マイクロカプセル発泡体とを配合した軽量化樹脂組成物および樹脂に熱膨張性マイクロカプセルおよび熱膨張性マイクロカプセル発泡体を配合することを特徴とする軽量化硬化物の収縮防止方法に関する。

【0005】本発明において、熱膨張性マイクロカプセル発泡体は粒径約 $5\text{ }\mu\text{m}$ から約 $1000\text{ }\mu\text{m}$ 、好ましくは約 10 から約 $200\text{ }\mu\text{m}$ の中空微粒子である。この中空微粒子は熱膨張性マイクロカプセルを加熱して発泡させることにより得られる。熱膨張性マイクロカプセルは従来公知の方法により製造することができる。具体的にはたとえば特公昭42-26524号公報などに記載されている。本発明に用いられる熱膨張性マイクロカプセルの材質は特に限定的ではない。使用する樹脂の種類や用途などに基づいて適宜選定すればよい。代表的な熱膨張性マイクロカプセルの殻材料はアクリロニトリル、アクリルアミド、アクリル酸、アクリル酸エステル、メタクリロニトリル、メタクリルアミド、メタクリル酸、メタクリル酸エステル、メタクリルアミド、塩化ビニル、塩化ビニリデン、酢酸ビニル、などの単独または共重合物が例示される。これらに適當な架橋剤、例えはジビニルベンゼン、(ポリ)エチレングリコール(ジ)メタアクリレート、トリアリルイソシアヌレート(TAIC)、トリメチロールプロパントリメタクリレート(TMPS)、トリアクリルホルマール(TAF)などを少量加えてもよい。

【0006】発泡倍率は限定的ではないが、約5倍から約 100 倍、より好ましくは約 20 倍から約 70 倍が適しており、5倍より少ないと軽量化効果が不十分である。 100 倍より大きいと軽量化樹脂組成物を硬化して得られる成型体などの強度が低下し、加えて収縮率が大きくなる。

【0007】熱膨張性マイクロカプセル発泡体は樹脂組成物に対して約 0.5 重量%から約 2.5 重量%、より好ましくは約 1 重量%から約 2.0 重量%加える。

【0008】本発明において熱膨張性マイクロカプセルとしては上述のごとき発泡体の発泡前の熱膨張性マイクロカプセルを用いればよい。発泡体として用いる熱膨張性マイクロカプセルとこれと併用する熱膨張性マイクロ

カプセルとは同一であっても異なっていてもよい。好ましくは未発泡熱膨張性マイクロカプセルの殻形成樹脂の軟化温度が熱膨張性マイクロカプセル発泡体のそれより高く、樹脂組成物を熱処理する際の温度で発泡し、その温度では収縮しないか、あるいは僅かしか収縮しない樹脂を使用するのが好ましい。配合される未発泡の熱膨張性マイクロカプセルの発泡倍率は約5倍から約 100 倍、より好ましくは約 20 倍から約 70 倍である。発泡剤は軽量化樹脂組成物の種類、硬化温度などにより適宜選定すべきであるが、通常沸点約 -20°C から約 100°C 、より好ましくは、約 -15°C から約 70°C の液状有機化合物である。好ましくは炭化水素およびハロゲン化炭化水素である。

【0009】熱膨張性マイクロカプセルの粒径は約 2 から $100\text{ }\mu\text{m}$ 、より好ましくは 5 から $30\text{ }\mu\text{m}$ である。

【0010】熱膨張性マイクロカプセルの熱膨張性マイクロカプセル発泡体に配合すべき割合は発泡倍率にもよるが、好ましくは後者 100 重量部に対して前者 0.5 重量部から 2.5 重量部、より好ましくは 1 重量部から 2.0 重量部である。

【0011】樹脂に熱膨張性マイクロカプセルおよび熱膨張性マイクロカプセル発泡体を配合することにより熱膨張性マイクロカプセル発泡体を配合することにより得られた軽量化樹脂組成物の成型体などの収縮を抑制することができる。これは樹脂組成物を成形する際の熱で熱膨張性マイクロカプセルの発泡体が変形または潰れて生ずる収縮分を同時に配合されている熱膨張性マイクロカプセルの膨張により補うためである。

【0012】本発明軽量化樹脂組成物はさらに従来軽量化に一般に用いられていた充填材、例えはパーライト、フライアッシュ、シラスバルーン、ガラスバルーン、フェノールバルーン、カーボンバルーン、アルミニナバブル、発泡スチレンビーズなどを配合してもよい。

【0013】本発明軽量化樹脂組成物は更に白色顔料である酸化チタンや酸化マグネシウム充填剤としての炭酸カルシウムやタルク、補強剤としてのガラス繊維やアラミド繊維などを含んでいてもよい。

【0014】本発明軽量化樹脂組成物の例は軽量成型体、塗料、シーリング材、バテなどがある。

40 【0015】

【実施例1】

ベース塗料の調製

成分	重量部
ポリ塩化ビニル(注1)	100
重質 CaCO_3 (注2)	100
軟質 CaCO_3 (注3)	50
可塑剤(注4)	120
溶剤(注5)	10

注1：軟化温度 80°C (住友化学社製：スミリットPC-X)

注2：平均粒径 $2.2\text{ }\mu\text{m}$ (白石カルシウム社製：ホワイトンSB)

注3：平均粒径 $0.3\text{ }\mu\text{m}$ (神島化学社製：軽微炭酸カルシウム)

注4：フタル酸エステル系可塑剤(新日本理化社製：サンソリイザーDINP)

注5：ミネラルスピリット(日本石油社製)

上記成分をグレンミキサーで混合し、ベース塗料を調整した。

【0016】比較処方1

成分	重量部	【表1】				
		100	*			
	加圧処理時間(分) (150 kg/cm^2)	0	30	60	90	120
	焼付後塗膜比重	1.10	1.21	1.22	1.24	1.26

【0018】実施例処方1

比較処方1で得られた塗料100.5重量部に未発泡の熱膨張性マイクロカプセル0.5重量部を加え、グレンミキサーで室温、60分間混合した。得られた軽量塗料の比重は1.10であった。なお配合した熱膨張性マイクロカプセルは沸点 35°C のイソペンタンをアクリル系※

*発泡体

0.5

上記成分を室温 $^\circ\text{C}$ で60分間グレンミキサーで混合し軽量塗料(塗料比重： 1.10)を調製した。発泡体としてはすでに熱膨張させたマツモトマイクロスフェア-F-80EDで平均粒径が $90\text{ }\mu\text{m}$ 、真比重 0.020 のものを用いた。この軽量塗料を室温、 150 kg/cm^2 で表1に示す時間加圧した後、厚さ 7 mm の鉄板に塗膜厚 2 mm に塗布し 140°C のオーブンで30分間焼付を行い塗膜比重を測定した。結果を表1に示す。

【0017】

【表1】

加圧処理時間(分) (150 kg/cm^2)	0	30	60	90	120
焼付後塗膜比重	1.10	1.21	1.22	1.24	1.26

【0020】

【実施例2】

比較処方2

重量部

不飽和ポリエステル樹脂(注6)

100

硬化剤(注7)

3

熱膨張性マイクロカプセル(注8)

5

発泡体(注9)

注6：ポリライトTP-160：DIC社製

注7：有機過酸化物系硬化剤(日本油脂社製バーカミル★

★D-40)

注8：真比重： 1.0 平均粒径 $2.5\text{ }\mu\text{m}$

注9：マツモトマイクロスフェア-F-80ED

30 上記各成分を室温、1分間ホモディスパー(特殊機化製)で混練し、樹脂組成物を得た(混練物比重： 0.77)。この樹脂組成物を内径 2.0 mm の試験管に高さ 3 cm に充填し 120°C のオイルバスにて表3に示す時間加熱硬化させ硬化物の比重を測定した。結果を表3に示す。

【0021】

【表3】

硬化時間(分) $120^\circ\text{C Oil Bath}$	0	30	60	90	120
硬化後成形物比重 (混練物比重)	0.77	0.81	0.82	0.82	0.83

【0022】実施例処方2

比較処方2で得られた組成物108重量部に未発泡の熱膨張性マイクロカプセル3重量部を加え、ホモディスパーで室温、1分間混合した。得られた樹脂組成物の比重は 0.78 であった。なお、配合した熱膨張性マイクロカプセルは沸点 38°C のノルマルベンタンをアクリル系

樹脂でマイクロカプセル化した発泡倍率 $3.0 \sim 7.0$ 倍の熱膨張性マイクロカプセルである。この樹脂組成物を比較処方2と同様に硬化させ硬化物の比重を測定した。結果を表4に示す。

【0023】

【表4】

硬化時間(分) 120°C Oil Bath	0	30	60	90	120
硬化後成形物比重 (混練物比重)	0.78	0.68	0.69	0.69	0.69

【0024】

*縮の少ない軽量化樹脂組成物を得ることができる。

【発明の効果】本発明によると加熱処理後においても収*

フロントページの続き

- | | | |
|----------|-----------------------|---|
| (56)参考文献 | 特開 昭48-21755 (JP, A) | (58)調査した分野(Int.Cl. ⁷ , D B名) |
| | 特開 昭57-108139 (JP, A) | C08J 9/00 - 9/42 |
| | 特開 昭61-113629 (JP, A) | C08L 1/00 - 101/16 |
| | 特開 昭50-140595 (JP, A) | C09D 1/00 - 201/10 |
| | 特開 昭60-244511 (JP, A) | C09K 3/10 |
| | 特公 昭42-26524 (JP, B1) | |